

Tabakuntersuchungen V : die Reproduzierbarkeit der Rauchuntersuchungen

Autor(en): **Staub, M. / Furrer, H.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **48 (1957)**

Heft 2

PDF erstellt am: **09.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983772>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Tabakuntersuchungen V¹⁾

Die Reproduzierbarkeit der Rauchuntersuchungen

Von *M. Staub* und *H. Furrer*

(Aus dem kantonalen Laboratorium Zürich)

Eine vollautomatische Rauchapparatur (siehe Tabakuntersuchungen IV) ¹⁾ ist nach unserer Auffassung Voraussetzung für reproduzierbare Werte bei Tabakrauch-Untersuchungen. Das Studium der Literatur über Rauchversuche lässt erkennen, dass dem wichtigsten Problem bei der künstlichen Nachahmung des natürlichen Rauchvorganges, dem Rauchzug, die ihm zukommende Bedeutung nicht immer genügend geschenkt wird. Hier wird oft ein einfacherer Weg eingeschlagen, um technische Schwierigkeiten zu umgehen, wobei dann wesentliche Begebenheiten des natürlichen Rauchens unberücksichtigt bleiben. Die nicht einfachen Zusammenhänge zwischen Zugvolumen, Zugdauer, Sogkraft bzw. Druckgefälle und Zugwiderstand müssen aber bei einer künstlichen Rekonstruktion des Vorganges gewahrt bleiben, soll nicht ein falsches Abbild des natürlichen Rauchprozesses entstehen.

Die von uns früher beschriebene Rauchmethodik ²⁾ beruhte auf einer Kombination der von *Pfyl* ³⁾ und *Wenusch* ⁴⁾ veröffentlichten Arbeiten. Inzwischen haben wir die Rauchmethodik in laufend kritischer Ueberprüfung wesentlich abgeändert. Durch möglichst gute Anpassung an das natürliche Rauchen und durch strenges Normieren der Methodik, die auf einer vollautomatischen Rauchapparatur beruht, ist ein Rauchverfahren entstanden, das — nach unserer Auffassung — den praktischen und auch wissenschaftlichen Bedürfnissen zu genügen vermag. Die Genauigkeit bzw. Reproduzierbarkeit der Untersuchungsmethodik wurde anhand ausgedehnter Versuchsreihen und der statistischen Fehlerrechnung festgestellt. Die nachstehenden Ausführungen sollten es nun ermöglichen, auch in anderen Laboratorien reproduzierbare Werte zu finden, sofern dieselbe Rauchapparatur benützt wird.

Gliederung des Stoffes:

1. Begriffsbestimmung für das natürliche Rauchen und seine künstliche Nachahmung.
2. Der künstliche Rauchzug und die Rauchapparatur.
3. Die Vorbereitung des Zigarettenmaterials.
4. Der Abrauchvorgang.
5. Das Aufarbeiten der Absorptionsflüssigkeiten für Nikotin und Teer.
6. Die Reproduzierbarkeit des Verfahrens.
7. Die Ermittlung der Filterwirksamkeit von Filterzigaretten.

1. Begriffsbestimmung für das natürliche Rauchen und seine künstliche Nachahmung

Ueberlegt man sich die Bedeutung der Vorgänge bzw. Erscheinungen bei der Rauchtätigkeit der Zigarettenraucher, so lassen sich folgende wesentliche und messbare Grössen aussondern:

- a) das Druckgefälle, das sich als Ausgleichsreaktion während der Einwirkung des vom Raucher in der Mundhöhle gebildeten Soges ausbildet;
- b) das Zugvolumen = das Volumen Luft/Rauch, das während der Zugdauer in den Mund gelangt;
- c) die Zugdauer = die Zeit, während der als Folge des Druckgefälles eine ausgeprägte Luft/Rauch-Strömung in der Zigarette herrscht;
- d) das Zugintervall = die Zeit zwischen zwei Rauchzügen;
- e) die Stummellänge, unter welcher der nach Beendigung des Rauchvorganges verbleibende Zigarettenrest zu verstehen ist.

In der Nachahmung des recht komplizierten Rauchvorganges mit einer Apparatur wird man nur dann zu vertretbaren Ergebnissen gelangen, wenn die unter a — e aufgeführten wesentlichen Faktoren in ihrer beobachteten bzw. ermittelten Grösse sich im Rauchverfahren entsprechend den natürlichen Begebenheiten tatsächlich auswirken. Eine genügende Reproduzierbarkeit der Ergebnisse wird dann ermöglicht, wenn

1. mit einer Rauchapparatur gearbeitet wird, welche gewissermassen als genormter Durchschnittsraucher den Rauchzug nach geeigneter Einstellung frei von subjektiver Beeinflussung voll automatisch ausführt, und
2. das Rauchverfahren in den Punkten, wo das Versuchsergebnis leicht wesentlich zu beeinflussen ist, eindeutig und streng festgelegt ist.

Zu den Punkten a—e seien folgende grundsätzliche Bemerkungen gemacht:

a), b) und c) Druckgefälle, Zugvolumen und Zugdauer

Das Druckgefälle, das eine Strömung überhaupt bewirkt, ist eine Folgeerscheinung aus der einwirkenden Sogkraft und der zur Verfügung stehenden Rohrquerschnittfläche der Zigarette (dem sog. Zugwiderstand). Der Raucher beeinflusst Druckgefälle und Zugdauer in dem Sinne, dass er eine bestimmte, möglichst immer gleich bleibende Rauchmenge in den Mund bekommen kann, d.i. das Zugvolumen. Diese durch viele Beobachtungen erhärtete Tatsache hat uns veranlasst, das Zugvolumen beim künstlichen Rauchen als Kardinalpunkt zu betrachten und es konstant zu halten. Ein wesentliches Kriterium zur Erzielung guter Reproduzierbarkeit beim künstlichen Rauchen ist somit vom natürlichen Rauchen her aufgezeigt.

Der zuverlässigen Messung des eingesogenen Rauchvolumens stellen sich beim natürlichen Rauchen erhebliche experimentelle Schwierigkeiten entgegen. Man kann sich so behelfen, dass man bei nicht entzündetem Rauchmaterial «Rauchzüge» ausführen lässt und die Volumina mittels des Messgerätes MV

(siehe unsere Mitteilung IV ⁵) ermittelt. Da die Glutzone fehlt, entstehen kleine Fehlerquellen (u.a. kleinerer Zugwiderstand); diese sind aber unbedeutend im Vergleich zu den Fehlern, die sich bei Messversuchen während des natürlichen Rauchens einstellen würden. Der von uns ermittelte statistische Mittelwert beträgt 35 ml Zugvolumen. (Die bekannten Rauchverfahren arbeiten fast ausschliesslich mit 40 ml.)

Die Messung des Druckgefälles beim Rauchzug erfolgt direkt hinter der Zigarette, aber vor dem Munde bzw. Rauchapparat, indem sich die Zigarette ohne Pressung, aber völlig zugdicht in einem sehr kurzen Halter befindet, der durch eine Rohrabzweigung mit einem Wassermanometer verbunden ist. Der gemessene statische Druck im Strömungsfluss direkt hinter der Zigarette gibt bei dem gegebenen strömenden Medium Luft/Rauch und dem gegebenen Rohrquerschnitt Anhaltspunkte über Grösse und Veränderungen der Strömungsgeschwindigkeit an der Messstelle und mit gewissen Einschränkungen in der Zigarette selbst. Das Druckgefälle steigt beim Rauchzug von null innert 0,1 bis 0,3 s auf eine bestimmte Höhe, pendelt dann während rund 1 s um die Maximalhöhe und fällt nach Beendigung der Sogwirkung innert 0,2 bis 0,3 s auf null zurück. Der im Mittel nur etwa 1,5 s dauernde Messvorgang wird zweckmässig im Wassermanometer so weit gedämpft, dass Fehlanzeigen durch Trägheitserscheinungen weitgehend vermieden werden (Wattepfropf auf der Aussen-druckseite).

Beim Rauchen von Zigaretten mit mittlerem Zugwiderstand konnten wir fast ausschliesslich Druckgefälle von 130 bis 250 mm Wassersäule feststellen. Jeder Rauchzug weist ein etwas verändertes Druckgefälle auf. Dies hängt u.a. damit zusammen, dass der Raucher wohl nicht immer genau dieselbe Sogkraft aufwendet und dass die Rohrquerschnittfläche laufend verändert wird, indem Quellungen der Tabakfaser in erhöhter Feuchtigkeit und Wärme und Ablagerungen festflüssiger Rauchbestandteile eine gewisse Verstopfung bewirken, gleichzeitig jedoch die zunehmende Verkürzung der Tabaksäule eine Reduktion des Zugwiderstandes zur Folge hat.

Bei Zigaretten mit auffällig kleinem Zugwiderstand beobachten wir bei vereinzelt Rauchzügen Druckdifferenzen von nur 100 bis 110 mm Wassersäule; kleinere Druckgefälle scheinen sich beim natürlichen Rauchen praktisch nicht einzustellen. Der Raucher saugt bei solchen Zigaretten kaum schwächer als gewohnt, wohl aber deutlich weniger lang. Dass praktisch nicht mit Druckdifferenzen von wesentlich weniger als 130 mm Wassersäule geraucht wird, kann seinen Grund in einer unerwünschten Veränderung der Rauchzusammensetzung haben. Beim künstlichen Rauchen wird man richtigerweise darnach trachten, die Rauchzüge entsprechend nicht mit wesentlich kleineren Druckdifferenzen als 130 mm Wassersäule auszuführen. Nach *Wenusch* ⁴) soll diese Grenze der Druckgefälle nicht unterschritten werden, weil sonst die Geschwindigkeit der Strömung im Tabakerzeugnis in nicht linearem Masse stark abfällt, so dass ein erheblich falsches Abbild des Rauchprozesses entstehen kann.

An Zigaretten mit auffällig hohem Zugwiderstand, so besonders bei Filterzigaretten mit dichten Filterstöpseln, saugt derselbe Raucher deutlich länger und auch stärker als gewohnt. Es treten dann häufig Druckgefälle bis um 400 mm Wassersäule auf. Zigaretten, bei denen die Raucher zur Befriedigung ihres Begehrs ungewohnt lang und stark saugen müssen, wobei sich Druckgefälle von über 500 bis 600 mm Wassersäule einstellen, werden als «nicht gut rauchbar» empfunden und abgelehnt.

Wie bereits angedeutet, variiert der gleiche Raucher die Zugdauer je nach dem Zugwiderstand der Zigarette. Dieser Tatsache muss im künstlichen Rauchverfahren Rechnung getragen werden. Als statistischer Mittelwert der Zugdauer wurden von uns 1,6 s ermittelt. Als Höchstwert fanden wir 2,2 s.

In gewissen Rauchverfahren wird das Druckgefälle bei jedem Rauchzug auf eine bestimmte Höhe geregelt, oder es wird der ermittelte Zugwiderstand als Mass für die Grösse der Druckgefälle beim Rauchzug genommen. Experimentell kann gezeigt werden, dass bei gegebenem Zugwiderstand es nicht derselben Druckdifferenz bedarf, um einen kontinuierlichen Strömungsfluss von 20 ml/s aufrecht zu erhalten oder innert 2 s ein Volumen von 40 ml aus dem Ruhezustand heraus durch das gleiche Rohr strömen zu lassen. Diese Art des künstlichen Rauchens widerspricht dem natürlichen Vorgang.

d) Zugintervall

Hier sind beim natürlichen Rauchen die grössten Differenzen festzustellen. In den bekannten Rauchverfahren werden Intervalle von 15, 20, 30 und 60 s eingehalten. Wir haben früher aus gewissen Vergleichsgründen mit 15 s gearbeitet; heute arbeiten wir immer mit einem Intervall von 30 s.

e) Stummellänge

Die bei den meisten Rauchmethoden angegebene Stummellänge von 15 mm betrachten wir als ungenügend. Die Erfahrung zeigt, dass die überwiegende Zahl der Raucher auf eine Stummellänge von etwa 20 mm raucht.

2. Der künstliche Rauchzug und die Rauchapparatur

Auf Grund der vorstehenden Ueberlegungen wurde eine elektronisch gesteuerte Rauchapparatur entwickelt, um das natürliche Rauchen so weit als möglich künstlich nachahmen zu können (siehe Tabakuntersuchungen IV)⁶⁾. Die Apparatur erlaubt eine stufenlose Einstellung von Zugvolumen und Sogkraft (bzw. Druckgefälle) in den natürlich vorkommenden Bereichen. Die Zugdauer kann zwischen 1,0 und 2,5 s von Zehntel- zu Zehntelsekunde genau festgelegt werden; das Zugintervall ist auf 15, 30, 45 und 60 s einstellbar.

Das Prinzip des künstlichen Rauchvorganges ist folgendes: Durch ein Druckgefälle, das 130 mm Wassersäule nicht wesentlich unterschreitet, wird in Intervallen von 30 s ein Rauchzugvolumen von 35 ml in 1,6 s Zugdauer in den künstlichen Mundraum eingesogen. Die Rauchzugbedingungen 35 ml Zug-

volumen und 1,6 s Zugdauer sind im Druckgefällebereich von 130 bis 400 mm Wassersäule auf die überwiegende Mehrzahl der im Handel befindlichen Zigarettensorten anzuwenden. Zigaretten mit extremen Zugwiderständen wird durch Verkürzen oder Verlängern der Zugdauer, eventuell unter gleichzeitiger Aenderung der Sogkraft, begegnet. Die Funktionen der Rauchapparatur werden auf jede Zigarette vor dem Anzünden besonders eingestellt (Zeitaufwand 1—3 min). Die der Apparatur beigegebene Anleitung orientiert über die Einzelheiten der Manipulationen.

In diesem Verfahren werden die Rauchbestandteile «nass» absorbiert, was nach unseren Erfahrungen gegenüber der «trockenen» Adsorption mittels Watte zu genaueren Ergebnissen führt. Nikotin und Teer (bestimmt wird der chloroformlösliche Teeranteil) werden in zwei Gaswaschflaschen mit Glasfritten G 0 (evtl. leicht gängige G 1), die beide im Gegensatz zu Fig. 1 in Mitteilung II ⁷⁾ mit je 30 ml Chloroform und 0,1n-Schwefelsäure beschickt sind, absorbiert. Das «Einfetten» der Schliffe der Absorptionsgefässe erfolgt mit Wasser. Die Luftkissen in den Absorptionsgefässen bewirken eine Pufferung, welche den Ablauf des Saugvorganges elastischer erfolgen lässt. Die Anpassung auch in dieser Hinsicht an das natürliche Rauchen ist zweifellos von gewisser Bedeutung für Qualität und Quantität der im Hauptstromrauch mitgeführten Stoffe und deren Adsorption im Reststummel. Damit die Pufferung im richtigen Masse erfolgt, sollen die Grössenverhältnisse und die Art der Fritten (siehe Fig. 1) genau eingehalten werden.

Bei andern Verfahren, z.B. von *Wahl* und *Heil* ⁸⁾ setzt der Rauchzug bei einem vorpräparierten Vakuum vom ersten Augenblick an mit voller Stärke ein, was dem natürlichen Rauchvorgang kaum entsprechen dürfte.

Ueber die Konstanz des Zugvolumens während des Rauchens wurde in Mitteilung IV ¹⁾ berichtet.

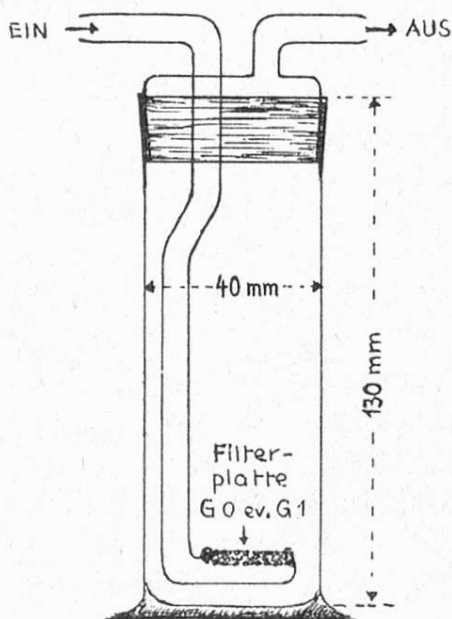


Fig. 1

Die Eignung der Filterplatte (Glasfritte) wird folgendermassen geprüft:

Das Absorptionsgefäss wird mit 60 ml Wasser beschickt und *vor* das Wassermanometer geschaltet (Verbindung Absorptionsgefäss-Wassermanometer bei AUS). Dem Absorptionsgefäss wird das Volumenmessgerät MV ⁵⁾ vorgeschaltet. Die Rauchapparatur wird so einreguliert, dass bei 2,0 Sekunden Zugdauer 50 ml Zugvolumen eingesogen werden.

Für die Rauchanalyse sind nur Absorptionsgefässe zu verwenden, deren Frittenwiderstand bei diesen Zugbedingungen Druckgefälle bis höchstens 400—420 mm Wassersäule erzeugen.

3. Die Vorbereitung des Zigarettenmaterials

Es ist voraus zu bemerken, dass die Zigaretten immer sehr sorgfältig zu handhaben sind, so, dass sie bei den unumgänglichen Manipulationen (Auslesen, Wägen, Anbringen von Nummern und Stummelmarke usw.) praktisch keine irgendwie geartete Veränderungen (Quetschungen, Tabakverluste usw.) erleiden.

Die Vorbereitung umfasst:

- a) das Konditionieren auf einen bestimmten Wassergehalt,
- b) das Erstellen der Durchschnittsprobe.

a) *Das Konditionieren auf einen bestimmten Wassergehalt*

Die Frage, ob die Zigarette für die Rauchanalyse direkt, wie sie von Fall zu Fall vorliegt, oder aber mit einem bestimmten Feuchtigkeitsgehalt, erreicht durch geeignete Konditionierung, zu verrauchen ist, muss mit Rücksicht auf eine gute Reproduzierbarkeit des Verfahrens zugunsten der Konditionierung entschieden werden. Der Feuchtigkeitsgehalt des Tabaks stellt einen wesentlichen Faktor für dessen Glimmfähigkeit und damit für die Zusammensetzung des Hauptstromrauches dar. Eine Ermessensfrage ist, auf was für einen Feuchtigkeitsgehalt konditioniert werden soll. Die Tabake werden aus besonderen Gründen (Aroma u.a.) bei verhältnismässig hohen relativen Luftfeuchtigkeiten verarbeitet (70 % und mehr), wodurch sich Gleichgewichtswassergehalte im Tabak von ca. 20 % einstellen. Nach der Auslieferung an den Handel tritt bis zum Verbrauch bei unseren schweizerischen Verhältnissen praktisch immer eine gewisse Austrocknung ein. Die Tabakwassergehalte der im Handel befindlichen Zigarettenarten betragen in der Hauptsache zwischen 8—13 %. Eine Konditionierung auf den hohen Feuchtigkeitsgehalt hin, wie er bei der Herstellung der Zigaretten herrscht (70 % rel. Feuchtigkeit, Wassergehalt 18—20 %), ist nach unserer Auffassung nicht angezeigt, weil für die objektive Prüfung die Bedingungen des Verbrauchs weitgehend massgebend sein müssen.

Verschiedene Erwägungen, zum Teil auch hervorgehend aus dem Studium der Arbeiten von *Artho*⁹⁾ an der Stelle für Tabakstudien an der ETH Zürich über «Die physikalischen Eigenschaften getrockneter Tabakblätter»^{*)}, liessen uns als gegebene Massnahme die Konditionierung auf einen Wassergehalt von 10—12 % erscheinen. Ein solcher Tabakwassergehalt von 10—12 % steht im Gleichgewicht mit einer relativen Luftfeuchtigkeit von 55 % bei 20—22° C.

^{*)} Von diesen Erwägungen sind u.a.: Rücksichtnahme auf die Gegebenheiten der Praxis; Bevorzugung der Einstellung eines Desorptionsgleichgewichtes (Tabak soll prinzipiell immer vom höheren Wassergehalt nach dem niedrigeren hin konditioniert werden); die Tatsache, dass oberhalb 50—60 % relativer Luftfeuchtigkeit durch die Kapillarkondensation ein ausgesprochen starker Anstieg des Tabakwassergehaltes eintritt, was den Gleichgewichtswassergehalt zunehmend labil gestaltet.

Zur Erzeugung konstanter relativer Luftfeuchtigkeiten in abgeschlossenen Gefässen verwendet man gesättigte Salzlösungen (Tabellen *Landolt-Börnstein* [1936] S. 89). Die Konstanz ist durch den Bodenkörper gewährleistet, indem eine entsprechende Menge Salz ausfällt, wenn das Versuchsmaterial Wasser aufnimmt, oder umgekehrt Salz in Lösung geht, wenn das Material Wasser abgibt. (Die Verwendung von Schwefelsäure-Wasser-Mischungen zum Konditionieren von Tabak hat sich als völlig ungeeignet erwiesen.)

Zur *Konditionierung* werden die Versuchszigaretten (mindestens 50 Stück) für 24 Stunden in lockerer, kreuzweiser Schichtung in ein dicht schliessendes Gefäss (z.B. grosser Exsikkator) über einer gesättigten Lösung von Kalziumnitrat $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ (mit Bodenkörper $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) bei 20—22° C eingelagert. Im geschlossenen Gefäss herrscht bei 20—22° C eine relative Luftfeuchtigkeit von 55 %.

Nach dem Erstellen der Durchschnittsprobe (siehe weiter unten!) werden die Zigaretten in den 10er Analysenproben nochmals für einige Stunden konditioniert.

Unmittelbar vor dem Verrauchen wird das Gewicht der 10er Analysenprobe festgestellt. Die jeweils noch nicht zum Verrauchen gelangenden Zigaretten der Analysenprobe werden bei 55 % relativer Luftfeuchtigkeit gehalten.

Hinweis auf die Zweckmässigkeit der Konditionierung bieten Analysenbeispiele in der Tabelle 5. Die Analysen 370 und 371a wurden am 3. April 1956 vorgenommen, die Analysen 424, 425 und 426 am 13., 14. und 17. September 1956. Die Zigaretten wurden in 10er Analysenproben bei 55 % relativer Luftfeuchtigkeit aufbewahrt.

b) Das Erstellen der Durchschnittsprobe

Vom konditionierten Zigarettenmaterial (mindestens 50 Zigaretten) werden für die Durchschnittsprobe alle jene Zigaretten herangezogen, welche als unbeschädigt betrachtet bzw. als so vom Hersteller erzeugt gelten dürfen. Es sind also jene Zigaretten von der Untersuchung auszuschalten, welche durch irgendwelche äussere Einwirkungen (Rütteln, Reibung, Schlag usw.), die offensichtlich mit der Herstellung nicht im Zusammenhang stehen, auffällig verändert erscheinen. Es betrifft dies besonders Zigaretten, deren Tabakstrang am Brand- oder Mundende durch herausgefallene Tabakteilchen wesentlich gelockert ist, ferner geknickte oder lokal gepresste Zigaretten oder solche mit defektem Papiermantel. Zu dieser Beurteilung bedarf es keineswegs einer besonderen Übung: ein Blick, eventuell ein leichter Griff orientiert sofort über den Zustand des Tabakerzeugnisses. Zweckmässig wird diese Prüfung unmittelbar vor dem nachfolgend erwähnten Wägen jeder Zigarette vorgenommen.

Das Gewicht jeder zur Untersuchung bestimmten Zigarette wird mittels Schnellwaage festgestellt. Die Zigaretten werden in einen «Gewichtspark» eingereiht, wo sie von 5 zu 5 mg Gewichtsunterschied geordnet sind. Als «Ordner»

eignet sich sehr gut ein Wellkarton. Siehe hierüber auch Mitteilung 44 (1953), 372, 373. Entsprechend der Dotierung von Gewichtsklassen (z.B. von 0,05 zu 0,05 g) werden die Zigaretten sodann in Analysenproben zu 10 Stück zusammengestellt (dem Gewicht entsprechend von 1 bis 10 nummeriert).

Da die Untersuchung nicht in erster Linie dem Hersteller eine Güteziffer für seine Erzeugnisse zu liefern hat (wir denken da an Filterzigaretten), sondern vielmehr an sich dem Verbraucher (Konsumenten) ein Höchstmass an Objektivität bezüglich des Prüfverfahrens bieten muss, so ist ein weiteres Aussondern der Zigaretten mit Zugwiderstandsmessungen, also eine Rücksichtnahme auf innere Fehler der Zigaretten (beispielsweise durch die Herstellung gegebene, eventuell fehlerhafte Struktur des Tabakstranges oder bei Filterzigaretten auf ungünstige Befestigung des Filterstößels usw.), nicht angängig. Ein derart weitergehendes Ausscheidungsverfahren würde nur jene Zigaretten zur Untersuchung zulassen, welche einem gewissen vom Hersteller aufgestellten Standard (Normalzigarette) entsprechen, d.h. es würden nur jene Erzeugnisse geprüft, welche bei der Fabrikation gut gelungen sind. Eine objektive Untersuchung muss aber das Interesse darauf richten, mit was für Erzeugnissen der Konsument, also der Raucher, tatsächlich zu rechnen hat, wobei als selbstverständlich gilt, dass durch zufällige Einwirkungen nach der Herstellung veränderte Erzeugnisse möglichst ausgeschlossen werden.

Drei Beispiele sollen die Notwendigkeit der Erstellung von Durchschnittsproben zur Konsolidierung reproduzierbarer Ergebnisse der Rauchanalyse andeuten:

Tabelle 1

Zigarettensorte Tabak	A Orient	B Maryland	C Virginia
Gewichte von 5 willkürlich zusammengestellten Analysenproben zu 10 Zigaretten in g	11,36	9,97	13,63
	11,56	9,75	13,80
	11,40	10,51	13,67
	11,14	9,80	13,29
	11,22	10,01	13,49
Gewichtsdifferenz maximal	4,2 %	7,6 %	5,1 %
Erstellen der Durchschnittsprobe «Gewichtspark» und Aufteilung:			
0,90 — 0,95		9 1	
0,95 — 1,00		40 5	
1,00 — 1,05	5	25 3	
1,05 — 1,10	18 2	7 1	
1,10 — 1,15	35 4		
1,15 — 1,20	26 3	81 10	
1,20 — 1,25	9 1		
1,25 — 1,30			9 2
1,30 — 1,35	93 10		20 3
1,35 — 1,40			18 3
1,40 — 1,45			11 2
1,45 — 1,50			3
			61 10
Gewichte von 5 Analysenproben zu 10 Zigaretten, zusammengestellt durch prozentuale Aufteilung in g	11,32	9,91	13,60
	11,31	9,92	13,58
	11,30	9,89	13,59
	11,29	9,94	13,56
	11,32	9,92	13,58
Gewichtsdifferenz maximal	0,3 %	0,5 %	0,4 %

Willkürlich zusammengestellte Analysenproben wiesen bis zu 7,6 % Gewichts­differenz auf; bei gleichem Rauchen kann die Menge des verrauchten Tabaks und auch die damit zusammenhängende Menge eines bestimmten Rauchproduktes entsprechende prozentuale Unterschiede aufweisen. Aus dem «Gewichtspark» zusammengestellte Analysenproben weisen dagegen Gewichts­unterschiede unter 1 % auf.

c) Die Berechnung der «Verrauchten Tabakmenge»

Angaben über den Gehalt von Stoffen im Hauptstromrauch von 10 Zigaretten bieten nur bedingte Vergleichsmöglichkeiten. Zweckmäßiger ist es, Versuchsergebnisse auf eine bestimmte Menge verrauchten Tabaks, z.B. auf 100 g zu berechnen. Aus leicht verständlichen Gründen lässt sich die total verrauchte Tabakmenge der 10 Zigaretten der Analysenprobe nicht direkt feststellen, man muss sie berechnen und kann dann die Analysenwerte auf 100 g beziehen.

In diesem Sinne bedeutet die «Verrauchte Tabakmenge» die gesamte, während des intermittierenden Rauchens verglimmende Menge Tabak vom Brandende bis zur Stummelmarke aller 10 Zigaretten der Analysenprobe. Bei genau definiertem Rauchverfahren bieten Gehaltsangaben auf diese Basis bezogen zuverlässige und brauchbare Vergleichswerte. Eine weitergehende Berechnung auf die Menge Tabak, welche während der Zugdauer verglimmt und also effektiv allein den Hauptstromrauch liefert, bietet für die praktischen Bedürfnisse keine brauchbarere Beurteilungsmöglichkeit (für eine angenäherte Berechnung dieser Tabakmenge siehe *Wenusch* ⁴⁾).

Die Berechnung der «Verrauchten Tabakmenge» erfolgt wie in Mitt. 44 (1953) S. 373 angegeben. Zu den Grössen b und L ist folgendes erläuternd zu bemerken:

Bei Filterzigaretten ist $b =$ Gewicht von 10 Zigarettenpapierchen + 10 Filterstöpseln. Dieses Gewicht wird anhand einer besonderen 10er Analysenprobe durch Entfernen des Tabaks ermittelt. An der gleichen Probe wird L ermittelt. Zur Kontrolle kann man natürlich den entfernten Tabak noch wägen. Die Werte b und L können auch anhand der 10er Analysenproben des «Ohne-Filter»-Versuches ermittelt werden (siehe weiter unten). Für b benützt man in diesem Falle das Gewicht der abgeschnittenen Filterstöpsel plus das zehnfach genommene Gewichtsmittel von 3 um die Filterstöpsellänge beim Mundende gekürzten Zigarettenpapieren der Untersuchungsprobe.

d) Der Filterersatz durch Tabak für die «Ohne-Filter»-Rauchanalyse

Verschiedene Anfragen haben uns erkennen lassen, dass die Ausführungen des methodischen Abschnittes über die Prüfung von Filtervorrichtungen in Mitt. 44 (1953) allzu knapp gehalten und daher z.T. nicht leicht verständlich sind. Es folgt hier eine eingehendere Beschreibung, die sich besonders auf den Absatz b loc. cit. bezieht:

Zur Durchführung einer Rauchanalyse «Mit Filter» und einer solchen «Ohne Filter» müssen 3 konditionierte Analysenproben mit je 10 nummerierten Filterzigaretten bereitstehen. Das Gewicht jeder 10er Analysenprobe wird ermittelt.

Analyse «Mit Filter»: Die 10 Zigaretten der Analysenprobe werden nach unserem Verfahren mit der vollautomatischen Rauchapparatur auf eine Stum-

mellänge von je 20 mm (Filterstöpsel inbegriffen) abgeraucht. In den Absorptionsflüssigkeiten werden das Nikotin bzw. der chloroformlösliche Teeranteil des Hauptstromrauches ermittelt.

Analyse «Ohne Filter»: Sie beruht auf filterlosen Zigaretten, gewonnen nach der Methodik «Filterersatz durch Tabak». Die Analyse erfolgt genau gleich wie die Analyse «Mit Filter».

Methodik «Filterersatz durch Tabak». Bei einer gewogenen 10er Analysenprobe werden nach Anbringen der Stummelmarke die Filterstöpsel mit der Rasierklinge sorgfältig weggeschnitten, ohne die Tabaksäule zu verletzen. Die abgeschnittenen Filter werden zur Berechnung der «Verrauchten Tabakmenge» gewogen (siehe unter c). Bei einer zweiten 10er Analysenprobe werden die Filterstöpsel ebenfalls entfernt (keine Stummelmarke nötig). Bei den Zigaretten beider Analysenproben wird etwa über die filterseitige Endfläche des Tabakstranges vorkragendes Papier sorgfältig mit der Schere zurückgeschnitten.

Das Erkennen der Durchschneidestelle ist einfach, wenn zwischen Tabakstrang und Filterstöpsel eine etwa 0,5 mm breite leere Zone besteht, die durch das Mundstückumkleidungspapier (z.B. «Korkpapier») dunkel durchschimmern vermag. Ist dies nicht der Fall, so wird mit einer Rasierklinge bei der mutmasslichen Stelle vorsichtig ein «flacher» Schnitt 3—4 mm in der Längsrichtung der Zigarette gegen das Filterende zu ausgeführt. Dabei wird ein 1—2 mm breiter Streifen des äussersten, den Filterstöpsel und den Papiermantel des Tabakstranges verbindenden Mundstückpapiers abgehoben. Jetzt ist die Durchschneidestelle klar zu erkennen.

Der Papiermantel aller um den Filterstöpsel gekürzten Zigaretten wird am bisherigen Filterende mit wasserfreiem Klebstoff, der absolut trockene Klebeflächen zurücklässt (sehr gut bewährt sich Foto-Klebstoff «Snap-Fix» der Foto und Kino AG, Bern), auf 3—5 mm Länge rundum bestrichen. Ebenso werden 10 ca. 1,5 cm breite und 3,5—4 cm lange Streifen Zigarettenpapier einseitig mit Klebstoff bestrichen. Nach dem Trocknen des Klebstoffes (1—2 min) werden die beiden klebezonen seitigen Tabakstrang-Endflächen der zwei Zigaretten mit gleicher Nummer sorgfältig, ohne einen besonderen Druck auszuüben, aufeinandergebracht und die so vereinigten Zigaretten, nach Auflegen ihrer Klebezone auf den bereitliegenden gummierten Papierstreifen, durch leichtes Abrollen sofort fest miteinander verbunden. Mit dem Festkleben auch des ca. 0,5—1 cm überlappenden Teils des Papierstreifens durch Auftragen minimster Menge frischen Klebstoffs ist ein einwandfrei zugdichter Abschluss bewerkstelligt.

Von der Stummelmarke aus über die Verbindungsstelle hinweg gemessen wird bei 20 mm die Zigarette mit der Rasierklinge durchgeschnitten. Es liegt jetzt eine genau gleich lange, in jeder Beziehung der zu prüfenden Filterzigarette entsprechende filterlose Vergleichszigarette vor.

Ueber das Allgemeine der Methodik sei auf die Ausführungen über Sorgfalt bei den Manipulationen und erneute Konditionierung hingewiesen.

Das recht einfache Vorgehen zur Gewinnung einer sog. «Filterlosen Vergleichszigarette», das darin besteht, dass für den Filtervergleich am Brandende der Originalfilterzigarette ein der Länge des Filterstöpsels entsprechendes Stück Tabakstrang entfernt und zum Vergleich eine um den Filterstöpsel gekürzte, gleich lange filterlose Zigarette benützt wird, muss als völlig unbrauchbar abgelehnt werden. Bei diesem Vorgehen werden die Verhältnisse des natürlichen Rauchens schwerwiegend entstellt, indem ganz willkürlich die Belastung des Filters bzw. des Tabakstummels mit Hauptstromrauch bedeutend vermindert wird. Bei einer 50 mm langen Abrauchzone einer normalen Zigarette von 70 mm Länge bedeutet das Entfernen eines z.B. 11 mm Filterlänge entsprechenden Stück Tabakstrangs von der Abrauchzone eine Minderbelastung von rund 20 % für den Stummel! Es ist in diesem Falle ganz offensichtlich unrichtig, aus analogen Aenderungen an den beiden zu vergleichenden Versuchsobjekten ein entsprechend gleich verändertes Verhalten von Tabakstummel und Filtermasse zu erwarten.

4. Der Abrauchvorgang

Die Zigarette Nr. 10 (grösstes Gewicht) wird mit einem weichen Gummischlauch pressungslos aber luftdicht¹⁰⁾ am Mundstückrohr befestigt. Die Volumenmessvorrichtung MV (siehe Mitteilung IV⁵⁾) wird vorgeschaltet und die Einstellung der in kurzem (z.B. 15 s) Intervallbetrieb sich befindenden Apparatur am nicht entzündeten Rauchmaterial so vorgenommen, dass ein Zugvolumen von 35 ml innert der Zugdauer 1,6 s bei einem Druckgefälle von minimal 130 mm Wassersäule eingesogen wird. Ist der Zugwiderstand der Zigarette zu klein, so wird unter evtl. Angleichung der Sogkraft die Zugdauer verkürzt, bis sie den Bedingungen 35 ml Zugvolumen bei minimal 130 mm Wassersäule Druckdifferenz genügt. Ist der Zugwiderstand der Zigarette übermässig gross, d.h. steigt das Druckgefälle mit der nicht angezündeten Zigarette beim 1,6 s dauernden und 35 ml einbringenden Zug auf über 270 mm Wassersäule, so ist unter Angleichung der Sogkraft die Zugdauer so weit zu verlängern, dass diese Maximaldruckdifferenz nicht überschritten wird. Die Zugdauer soll jedoch 2,2 s möglichst nicht überschreiten. Im Bedarfsfalle müsste eventuell mit einem kleineren Zugvolumen gearbeitet werden. Uns ist jedoch noch nie ein solcher Fall vorgekommen.

Das Zugintervall wird auf 30 s umgeschaltet und bei einem nächsten Zug der Apparatur die Zigarette auf übliche Weise angezündet. Mit dem Anzünden wird eine Zeitmessung (Stoppuhr) eingeschaltet und mit dem letzten Zug gestoppt, so dass die Anzahl Rauchzüge notiert werden können (pro min 2 Züge + 1 Zug beim Anzünden). Es werden zweckmässig die Druckgefälle-Mittelwerte der zwei ersten Rauchzüge nach dem Anzünden, von zwei aufeinander-

folgenden Zügen in der Mitte der Abrauchzone und der letzten zwei bis drei Züge vor dem Erreichen der Stummelmarke (20 mm) notiert. Während des Abrauchens halte man seine Aufmerksamkeit häufig auf die Rauchtätigkeit gerichtet, um eventuelle Auffälligkeiten zu notieren.

Ort des Versuches ist zweckmässig eine ganz offene, schwach ventilierte Kappelle, um zu vermeiden, dass nebenstromrauchhaltige Luft eingesogen wird. Am Versuchsort darf jedoch auf keinen Fall eine ausgeprägte Luftbewegung herrschen. Man notiert sich auch die relative Feuchtigkeit der Luft am Versuchsort (Haarhygrometer, Schleuderpsychrometer).

Das Ende des Rauchvorganges muss unbedingt immer gleich angenommen werden. Zweckmässig beendet man den Rauchvorgang mit jenem Zug, bei dem die Stummelmarke von der Verkohlungszone auf etwa $\frac{1}{3}$ bis $\frac{1}{2}$ ihrer Umfanglänge durchbrochen wird. Der Zigarettenstummel (samt Gummischlauchstück) wird demnach etwa 1 s, bevor der nächstfolgende Zug einsetzt, vom Mundstückrohr entfernt.

Nach Umschalten auf kurzes Zugintervall werden die Funktionen der Apparatur auf die folgende Zigarette (nächst niedrigere Nummer) eingestellt. Dann wird auf 30 s Zugintervall zurückgeschaltet und die Zigarette beim nächstfolgenden Zug angezündet.

Nach dem Abrauchen der letzten Zigarette (Nr. 1, kleinstes Gewicht) werden noch weitere Züge (6—10 bei kurzem Intervall) ausgeführt, bis in den Absorptionsgefässen keine Rauchtrübung mehr festzustellen ist.

Die beiden Absorptionsgefässe werden nach dem Weiterverarbeiten der Flüssigkeiten folgendermassen mit Schwefelsäure gereinigt: Nach Einfüllen von 25 bis 30 ml H_2SO_4 konz. und Zusatz von etwa 5 ml Wasser durch das Zuleitungsrohr wird die heisse Schwefelsäure durch wechselweises kurzes Ansetzen von Vakuum (Wasserstrahlpumpe) an die Zu- und Ableitungsrohre durch die Glasfritten hin- und hergetrieben. Nach kurzem, vorsichtigem Umschwenken der H_2SO_4 im ganzen Gefäss wird entleert und mit Wasser gespült. Die Gefässe sind nun wieder betriebsbereit.

5. Das Aufarbeiten der Absorptionsflüssigkeiten

Der Inhalt der beiden Absorptionsgefässe wird unmittelbar nach der Absorption der letzten Rauchreste in einen Scheidetrichter übergeführt. Das Mundstückrohr und die Absorptionsgefässe inkl. Zu- und Ableitungsrohre werden zuerst mit 30 ml Chloroform und nachher mit 30 ml Wasser nachgespült. Nach 1 min langem, gründlichem Durchschütteln der im Scheidetrichter vereinigten Flüssigkeiten wird nach frühestens 2 Stunden, aber längstens 4 Stunden, die sauber abgetrennte Chloroformschicht in einem mit Siedesteinchen gewogenen 150 ml-Erlenmeyerkolben zur Bestimmung der chloroformlöslichen Teerbestandteile abgelassen, bis die immer vorhandenen, flockig emulgierten Chloroformreste das Stopfenrohr gerade erreichen (zuvor wird das Siedestein-

chen beiseite gelegt). Der Inhalt des Scheidetrichters wird einmal leicht geschüttelt, durch Umschwenken in kreisende Bewegungen gebracht und das Gefäß zur Ruhe gestellt. Nach mindestens 30 min, längstens aber über Nacht dauerndem Stehenlassen wird die neu abgeschiedene Chloroformphase sauber von den fast immer noch vorhandenen geringen Mengen Emulsionsflocken weggetrennt und mit dem Hauptanteil im Erlenmeyer vereinigt.

a) Die Bestimmung des chloroformlöslichen Teeranteils

Zu der Chloroformphase im Erlenmeyer gibt man das zuvor entfernte Siedesteinchen und destilliert auf dem siedenden Wasserbad das Chloroform ab, bis ein ziemlicher zähflüssiger Rückstand zurückbleibt. Mit dem Handgebläse werden restliche Chloroformdämpfe vorsichtig ausgeblasen, und hierauf wird der Erlenmeyerkolben im Trockenschrank von 103 bis 105° C in liegende Stellung gebracht. Nach 15 Minuten wird nach Aufrechtstellen des Erlenmeyers der Rückstand mit dem Luftstrom des Handgebläses vorsichtig auf dem Boden des Gefäßes etwas verteilt. In genau gleicher Weise wird die Prozedur des 15 min dauernden Trocknens und des Ausblasens noch einmal durchgeführt und der Erlenmeyer sodann in den Exsikkator gebracht. Nach dem Abkühlen wird gewogen.

Die Gewichts-differenz vor und nach Versuch bedeutet den chloroformlöslichen Anteil an Teerbestandteilen im Hauptstromrauch der «verrauchten Tabakmenge» von 10 Zigaretten.

b) Die Nikotinbestimmung

Die gesamte im Scheidetrichter zurückgebliebene Flüssigkeitsmenge wird durch ein nasses Filter in ein Becherglas filtriert und gut nachgewaschen. Das Filtrat wird auf dem siedenden Wasserbad unter häufigem Umrühren bis zum Verschwinden des Chloroformgeruches erwärmt. Die abgekühlte Flüssigkeit wird in einen Destillationskolben übergespült und mit 50 g Kochsalz versetzt. Nach Zugabe von 6 ml n-Lauge werden noch 10 g festes K₂CO₃ zugefügt. Unmittelbar anschliessend wird mit Wasserdampf destilliert, wobei die Apparatur zur Bestimmung der flüchtigen Säure in Wein benützt werden kann. Das Gesamtvolumen soll im Destillationskolben 150 ml nicht übersteigen und ist während der Destillation durch zusätzliches Heizen allmählich leicht zu vermindern. Es werden 120 ml Destillat in einem 250 ml-Becherglas aufgefangen.

Das Destillat wird nach Zusatz von 1 Tropfen Methylrotlösung mit 0,25n-HCl bis zum Umschlag in rosa titriert und darüber hinaus mit 0,3 ml derselben Salzsäure angesäuert. Jetzt wird das Nikotin durch langsamen Zusatz von 60 ml 0,05 molarer Pikrinsäurelösung (gesättigte Lösung) unter Rühren mit Glasstab als Nikotindipikrat gefällt. Die weitere Bestimmung des Nikotins erfolgt gravimetrisch in der in Mitt. 43 (1952), 496, beschriebenen Weise.

$$\text{mg Nikotindipikrat} \cdot 0,2614 = \text{mg Nikotin}$$

im Hauptstromrauch der «verrauchten Tabakmenge» von 10 Zigaretten.

6. Die Reproduzierbarkeit (Genauigkeit) des Rauchverfahrens

Das beschriebene Rauchverfahren hat seine Bewährung in über 400 Rauchanalysen unter Beweis gestellt *). Es wurde aber ausserdem zur Beurteilung seiner «Genauigkeit» bzw. Reproduzierbarkeit nach wissenschaftlichen Grundsätzen sorgfältig geprüft.

Da bei einem derartigen Verfahren eine «klassische Eichung» z.B. mit Proben bekannten Gehalts im in Frage stehenden Bereich aus leicht verständlichen Gründen sich nicht durchführen lässt, wurde einer allfälligen Missweisung durch sorgfältige Kritik der Methodik mit möglichster Ausmerzungen systematischer Fehlerquellen entgegenzutreten versucht. Zur Gewinnung einer Aussage über die «Genauigkeit» bzw. «Streuung» des Verfahrens (in der Form der sog. Standardabweichung σ) haben wir die statistische Fehlerrechnung herangezogen, da sie bekanntlich das Höchstmass an Aussagen über die «Genauigkeit» eines Messverfahrens zu liefern vermag, das aus gegebenem Beobachtungsmaterial überhaupt herauszuholen ist.

Das Beobachtungsmaterial wurde den Anforderungen der Praxis entsprechend systematisch bereitgestellt. Im vorliegenden Falle der Nikotin- bzw. Teerbestimmung im Tabakrauch erschien es als richtig, die sog. Standardabweichung σ , als Güteziffer für die kombinierten Arbeitsweisen des Rauchvorganges und der Ermittlung der Stoffmenge, nicht anhand von Einzelmessungen am selben Versuchsobjekt zu bestimmen, sondern mit Hilfe einer grösseren Zahl von Analysen ganz verschiedener Zigarettenproben, von denen jede mehrmals analysiert wurde, zu ermitteln.

Als Basis der Fehlerberechnung stehen die Werte aus insgesamt 124 Analysen an 44 Zigarettenproben zur Verfügung (71 Filterzigaretten, 25 gewöhnliche [filterlose] Zigaretten, 28 filterlose Filter-Ersatzzigaretten). Es wurden 25 Doppelbestimmungen, 11 Dreifach-, 2 Vierfach-, 4 Fünffach-Bestimmungen sowie 1 Sechsfach- und 1 Siebenfach-Bestimmung an jeweils einer Probe ausgeführt. Die 44 Zigarettenproben bestanden aus 3 Sorten Typ Maryland, 1 Sorte american blend, 1 Sorte Typ Virginia, 1 Sorte Typ Orient-Virginia und 2 Sorten unbestimmten Typs (deutsche und belgische Zigaretten).

Aus Gründen der Platzersparnis verzichteten wir selbstverständlich darauf, sämtliche durchgeführten Analysen in ausführlicher Darstellung vorzulegen. Eine beschränkte Anzahl Beispiele, die zum Teil gleichzeitig Beispiele in anderen Zusammenhängen enthält, wird ein genügend ausführliches Bild über die praktisch auftretenden Analysenwerte vermitteln (siehe Tab. 5).

Der zur Berechnung der Standardabweichung σ benützte Weg ist folgender (nach Z. anal. Chem. 149 (1956), 49):

*) Es gelangten Zigaretten schweizerischer, deutscher, belgischer, französischer, englischer und amerikanischer Provenienz zur Untersuchung (verschiedene Formate und Querschnitte).

Bei insgesamt N Bestimmungen (Analysen), die in g Gruppen von Analysen an jeweils einer Probe ($g = \text{Anzahl Proben}$) ausgeführt wurden, ist innerhalb jeder der g Gruppen zunächst der Mittelwert M gebildet und alsdann die Abweichung δ der einzelnen Messwerte vom zugehörigen Gruppenmittelwert M errechnet worden. Die Quadrate sämtlicher δ -Werte wurden addiert, ohne Rücksicht darauf, dass sie aus verschiedenen Messgruppen stammen.

Die Standardabweichung ist dann
$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum^N \delta^2}{N-g}}$$

Die so berechneten Standardabweichungen σ der Nikotin- und Teerbestimmung im Hauptstromrauch nach dem beschriebenen Rauchverfahren sind in Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 2

Zigarettenart	Anzahl Messungen	Anzahl Proben	Standardabweichung σ			
			Nikotin im Hauptstromrauch		Chloroformlösl. Teer im Hauptstromrauch	
			von 10 Zigaretten	von 100 g verrauchter Tabakmenge	von 10 Zigaretten	von 100 g verrauchter Tabakmenge
			mg	g	mg	g
Gewöhnliche (filterlose) Zigaretten	25	9	$\pm 0,45$	$\pm 0,0055$	$\pm 3,7$	$\pm 0,047$
Filterersatz- (filterlose) Zigaretten	28	11	$\pm 0,43$	$\pm 0,0061$	$\pm 3,2$	$\pm 0,043$
Filterzigaretten	71	24	$\pm 0,37$	$\pm 0,0047$	$\pm 4,3$	$\pm 0,052$
Gesamtes Rauchverfahren	124	44	$\pm 0,40$	$\pm 0,0052$	$\pm 4,0$	$\pm 0,049$

Demnach kann bei der Nikotinbestimmung im Hauptstromrauch mit einer Genauigkeit bzw. Reproduzierbarkeit von $\pm 0,005$ g Nikotin pro 100 g verrauchter Tabakmenge oder $\pm 0,4$ mg Nikotin pro 10 Zigaretten gerechnet werden, während bei der Bestimmung der chloroformlöslichen Teeranteile die entsprechenden Werte $\pm 0,05$ g bzw. ± 4 mg betragen.

Die erhaltenen Analysenwerte (teilweise ersichtlich in Tabelle 5) lassen für diese Rauchmethodik folgende *Toleranzspannen* als gegebenen erscheinen:

Nikotin

- im Hauptstromrauch von 10 Zigaretten $\pm 0,7$ mg
- im Hauptstromrauch von 100 g «verrauchtem Tabak» $\pm 0,007$ g

Chloroformlöslicher Teer

im Hauptstromrauch von 10 Zigaretten	\pm 7	mg
im Hauptstromrauch von 100 g «verrauchtem Tabak»	\pm 0,08	g

Der relative Fehler der Nikotinbestimmung kann unter der Annahme, dass z.B. rund 30 % des Tabaknikotins in den Hauptstromrauch übergehen, mittels der Standardabweichung als Annäherungswert folgendermassen angegeben werden:

Bei Tabaknikotingehalt von	0,5 %	1 %	2 %
ist Nikotingehalt im Hauptstromrauch			
von 10 Zigaretten rund	17 mg	30 mg	67 mg
relativer Fehler der Bestimmung	\pm 4 %	\pm 2 %	\pm 1 %

7. Ermittlung der Filterwirksamkeit bei Filterzigaretten *)

Zur Charakterisierung einer Filterwirksamkeit ist für die Praxis allein von Interesse

- die absolute Menge der Stoffe im Hauptstromrauch von z.B. 10 Zigaretten, besser von 100 g «verrauchtem Tabak», und
- eine Angabe über die Verminderung oder Herabsetzung einer bestimmten Stoffmenge im Hauptstromrauch durch die Wirkung des Filters, z.B. der in Prozenten ausgedrückte Unterschied der Stoffmenge im Hauptstromrauch einer gleich grossen «verrauchten Tabakmenge» zwischen dem Rauchen von Filterzigaretten und dem Rauchen von filterlosen, sonst jedoch genau der Filterzigarette entsprechenden Zigaretten.

Es bedarf hierzu der Rauchanalyse der Filterzigaretten (Analyse «Mit Filter») und der Rauchanalyse entsprechender filterloser Zigaretten (Analyse «Ohne Filter»), wobei zu letzterer Zigaretten dienen, die nach der Methode «Filterersatz durch Tabak» gewonnen werden. Die Berechnungsweise ist in Mitt. 44 (1953), 473, angegeben.

Die Bereiche der Streuung und der Toleranz für die Werte der Filterwirksamkeit sind vom entsprechenden Streu- bzw. Toleranzbereich der Nikotin- bzw. Teerbestimmung herzuleiten. Je nach der absoluten Grösse streuen die Werte innert grösserer oder kleinerer Spanne. Das rührt daher, dass bei einer kleinen Grösse eine kleine Abweichung sich relativ (prozentual) stärker auswirkt als bei einem grossen Absolutwert. Zur Orientierung, in welcher Grössenordnung die möglichen Bereiche sich halten, sind in Tabelle 3 die auf Basis von angenommenen Analysenwerten berechneten Abweichungen bei a) kleiner und b) grosser Filterwirksamkeit und 4 verschiedenen Tabaknikotingehalten aufgeführt.

Im Kommentar findet sich eine entsprechende Angabe zum chloroformlöslichen Teeranteil.

*) Wir betrachten hier nur die Filterwirksamkeit auf Nikotin und chloroformlösliche Teeranteile im Hauptstromrauch.

Tabelle 3

Annahmewerte			Streuung			Toleranz		
Tabak-Nikotin-gehalt	Nikotin im Hauptstromrauch*)		Nikotin im Hauptstromrauch*)	Adsorption	Spanne	Nikotin im Hauptstromrauch*)	Adsorption	Spanne
a) Filterwirksamkeit (Adsorption) klein, Annahmewert 6 ‰								
‰	g/100 g		g/100 g	‰	‰	g/100 g	‰	‰
0,7	Ohne Filter	0,250	0,245 — 0,255	2,0 — 9,8	± 3,9	0,243 — 0,257	0,4 — 11,3	± 5,5
	Mit Filter	0,235	0,230 — 0,240			0,228 — 0,242		
1	Ohne Filter	0,335	0,330 — 0,340	3,0 — 8,8	± 2,9	0,328 — 0,342	1,8 — 10,0	± 4,1
	Mit Filter	0,315	0,310 — 0,320			0,308 — 0,322		
1,5	Ohne Filter	0,555	0,550 — 0,560	4,6 — 8,0	± 1,7	0,548 — 0,562	3,8 — 8,7	± 2,5
	Mit Filter	0,520	0,515 — 0,525			0,513 — 0,527		
2	Ohne Filter	0,700	0,695 — 0,705	4,6 — 7,4	± 1,4	0,693 — 0,707	4,0 — 7,9	± 2,0
	Mit Filter	0,658	0,653 — 0,663			0,651 — 0,665		
b) Filterwirksamkeit (Adsorption) gross, Annahmewert 35 ‰								
0,7	Ohne Filter	0,250	0,245 — 0,255	31,8—38,4	± 3,3	0,243 — 0,257	30,4—39,8	± 4,7
	Mit Filter	0,162	0,157 — 0,167			0,155 — 0,169		
1	Ohne Filter	0,335	0,330 — 0,340	32,8—37,6	± 2,4	0,328 — 0,342	31,7—38,6	± 3,5
	Mit Filter	0,217	0,212 — 0,222			0,210 — 0,224		
1,5	Ohne Filter	0,555	0,550 — 0,560	33,6—36,6	± 1,5	0,548 — 0,562	33,0—37,2	± 2,1
	Mit Filter	0,360	0,355 — 0,365			0,353 — 0,367		
2	Ohne Filter	0,700	0,695 — 0,705	33,8—36,2	± 1,2	0,693 — 0,707	33,4—36,6	± 1,6
	Mit Filter	0,455	0,450 — 0,460			0,448 — 0,462		

*) g Nikotin im Hauptstromrauch von 100 g „Verrauchtem Tabak“

Bei der Mehrzahl der Filterzigarettensorten (mit Tabaknikotingehalten um 1—1,5 %) und den in der Praxis hauptsächlich vorkommenden Adsorptionswerten von 5—35 % sind demnach Streuungen von $\pm 1,5$ bis ± 3 %, bzw. Toleranzspannen von ± 2 bis ± 4 % in Rechnung zu stellen. Voraussetzung ist allerdings, dass die Beschaffenheit der Filterstöpsel bzw. der Filterzigaretten innerhalb der bei maschineller Produktion heute üblicherweise zu erwartenden Regelmässigkeit liegt.

Die Streu- und Toleranzbereiche für die Filterwirksamkeit (Adsorption) auf chloroformlöslichen Teer lassen sich bei analoger Berechnungsweise und unter Annahme eines mittleren Gehaltes chloroformlöslicher Teerbestandteile im Hauptstromrauch der «Ohne Filter»-Analyse von 4,00 g / 100 g «verrauchtem Tabak» mit ± 2 bis $\pm 2,5$ % bzw. ± 3 bis ± 4 % angeben.

Die Verwendbarkeit von nach der Methode «Filterersatz durch Tabak» gewonnenen Zigaretten wurde in verschiedener Hinsicht, u.a. auch mit Vergleichsanalysen sorgfältig geprüft (in Tabelle 5 sind Beispiele aufgeführt). Die Authentizität der filterlosen, gewöhnlichen Vergleichszigaretten musste sich darauf stützen, dass 1. die Herstellerfirma versicherte, nur Tabak aus gleichem Stock in gleicher Weise verarbeitet zu haben, und 2. von uns die Nikotingehalte der nach Sinnenprüfung gleichartigen Tabake auch als genau gleich festgestellt wurden.

Wie zweckmässig die Verwendung von «Filterersatz durch Tabak»-Zigaretten als Vergleichsbasis ist, zeigt folgendes Beispiel aus der Praxis:

Es sollte die Filterwirksamkeit (Adsorption) bei einer uns zugesandten Probe Filterzigaretten F festgestellt werden. Der Auftraggeber wünschte den Vergleich zu einer miteingesandten, angeblich genau entsprechenden filterlosen, gewöhnlichen Zigarettenprobe A. Ohne zunächst die Tabake selbst zu untersuchen, wurde von uns interessehalber auch gleich eine «Ohne Filter»-Analyse mit «Filterersatz durch Tabak»-Zigaretten (Probe B, aus F hergestellt) ausgeführt. Die Analysenresultate sind in Tabelle 4 zusammengestellt.

Tabelle 4

Probe	„Ver- raucher Tabak“ von 10 Ziga- retten	Nikotin			Ad- sorp- tion	Chloroformlöslicher Teer			Ad- sorp- tion
		im Hauptstrom- rauch von		Mittel		im Hauptstrom- rauch von		Mittel	
		10 Ziga- retten	100 g „Ver- raucher Tabak“			10 Ziga- retten	100 g „Ver- raucher Tabak“		
	g	mg	g		%	mg	g		%
A	8,21	43,3	0,527	0,527	16,9	340	4,14	4,14	17,9
	8,21	42,8	0,521			337	4,11		
	8,24	43,8	0,532			344	4,18		
F	7,79	34,4	0,442	0,438	24,9	268	3,44	3,40	25,8
	7,83	34,4	0,439			261	3,33		
	7,70	33,4	0,434			263	3,42		
B	7,81	45,1	0,578	0,583		357	4,57	4,55	
	7,75	45,6	0,588			353	4,56		
	7,84	45,8	0,585			354	4,52		

Die Werte der «Ohne Filter»-Analysen A (filterlose, gewöhnliche Zigaretten) und B («Filterersatz durch Tabak») stimmen nicht überein; die Differenzen sind bedeutend grösser, als die Bereiche des Fehlers und der Toleranz sie zulassen. Die berechneten Werte für die Adsorptionswirkung des Filters fallen entsprechend aus den Bereichen. Es wurde geschlossen, dass die Unterschiede nur von ungleichen Tabaken herrühren konnten, was mit der Bestimmung der Tabaknikotingehalte eindeutig bestätigt wurde. Der Tabak der gewöhnlichen, filterlosen Zigaretten wies einen Nikotingehalt von 1,45 % auf, derjenige der Filterzigaretten (der auch bei der «Ohne Filter»-Analyse mit den «Filterersatz durch Tabak»-Zigaretten zum Verrauchen gelangte) einen solchen von 1,58 %.

Berechnet man aus den Raumnikotingehalten der beiden «Ohne Filter»-Analysen (Mittelwerte) den prozentualen Unterschied, so erkennt man, dass die Differenz (ca. 10 %) bemerkenswert mit der Differenz im Tabaknikotingehalt (ca. 8 %) übereinstimmt, was als Hinweis auf die zuverlässige Reproduktion des künstlichen Rauchvorganges gelten kann.

Das Beispiel ist eine klare Erhärtung der These, dass nur die nach dem «Filterersatz durch Tabak»-Verfahren gewonnenen filterlosen Zigaretten als Vergleichsbasis verwendet werden dürfen.

Tabelle 5

Zigaretten- sorte Tabaksorte usw.	Analyse Nr.	Relative Feuchtig- keit der Luft beim Rauchen	Gewicht von 10 Ziga- retten	Gewicht des ver- rauchten Tabaks
		%	g	g
<i>Typ Virginia</i>				
a) Gewöhnliche, filterlose Zigaretten	185	60	10,72	7,31
b) «Filterersatz durch Tabak»-Zigaretten	186	55	9,94	7,22
<i>Typ Orient-Virginia</i>	198a	51	12,00	8,45
a) Gewöhnliche, filterlose Zigaretten	199a	45	12,08	8,52
b) «Filterersatz durch Tabak»-Zigaretten	201a	43	11,32	8,47
	202a	45	11,33	8,48
<i>Typ american blend</i>				
Gewöhnliche, filterlose Zigaretten	111a	58	10,49	7,18
	112a	56	10,46	7,16
<i>Deutsche Zigaretten</i>				
Filterzigaretten	410	63	11,89	8,65
	411	55	11,85	8,61
<i>Typ Maryland</i>				
«Filterersatz durch Tabak»-Zigaretten	266a	55	10,14	6,93
	267a	59	10,12	6,91
	268a	52	10,15	6,94
<i>Typ Orient-Virginia</i>				
«Filterersatz durch Tabak»-Zigaretten	400	63	10,54	7,55
	401	64	10,55	7,56
	402	65	10,59	7,60
	403	62	10,52	7,54
<i>Typ Maryland</i>				
Filterzigaretten	428	63	9,41	6,38
	429	65	9,45	6,41
	431	72	9,40	6,37
	432	73	9,44	6,40
	438	77	9,47	6,43
<i>Typ Orient-Virginia</i>				
Filterzigaretten	370	49	11,06	7,99
	371a	44	11,18	8,08
	424	63	11,14	8,05
	425	78	11,17	8,08
	426	82	11,14	8,05
<i>Typ Orient-Virginia</i>				
Filterzigaretten	459	50	11,32	8,00
	460	50	11,35	8,03
	461	52	11,33	8,01
	462	47	11,37	8,05
	463	48	11,32	8,00
	464	43	11,31	7,99
	465	45	11,32	8,00

Nikotin				Chloroformlöslicher Teer				Bemerkungen	
im Hauptstromrauch von				im Hauptstromrauch von					
10 Zigaretten	Mittel	100 g ver- rauchtem Tabak	Mittel	10 Zigaretten	Mittel	100 g ver- rauchtem Tabak	Mittel		
mg	mg	g	g	mg	mg	g	g		
51,0	—	0,698	—	345	—	4,72	—	Prüfung der Verwendbar- keit von „Filter-Ersatz durch Tabak“ Zigaretten anstelle von gewöhnlichen, filterlosen Zigaretten	
50,2	—	0,696	—	347	—	4,81	—		
39,9	40,2	0,472	0,473	351	356	4,15	4,20		
40,4		0,474		361		4,24			
39,5	39,7	0,466	0,469	355	354	4,19	4,17		
39,9		0,471		352		4,15			
49,7	50,1	0,693	0,699	305	303	4,25	4,22		Tabaknikotin- gehalt 2,06%
50,5		0,705		300		4,19			
24,2	24,0	0,280	0,278	184	182	2,13	2,11		Filterzigaretten mit 50% Filter- wirksamkeit
23,7		0,275		179		2,08			
27,8	27,7	0,401	0,399	281	278	4,05	4,02	Reproduzier- barkeit des Verfahrens „Filter-Ersatz durch Tabak“	
27,3		0,395		275		3,98			
27,9		0,402		279		4,02			
41,6	42,2	0,551	0,558	329	331	4,36	4,38		
42,2		0,559		329		4,35			
42,4		0,558		336		4,42			
42,4		0,563		331		4,39			
30,7	30,6	0,481	0,478	261	263	4,10	4,11		Untersucht vom 18. 9. bis 25. 9. 56
30,3		0,473		268		4,18			
30,0		0,471		262		4,11			
30,9		0,483		262		4,10			
31,0		0,483		261		4,08			
33,9	34,0	0,425	0,423	267	274	3,34	3,41	3. 4. 56 } analy- 3. 4. 56 } siert 13. 9. 56 } analy- 14. 9. 56 } siert 17. 9. 56 }	
34,2		0,424		274		3,39			
33,9		0,421		269		3,34			
34,0		0,421		281		3,48			
34,0		0,424		280		3,48			
31,4	31,4	0,393	0,392	239	238	2,99	2,98	Untersucht am 24., 25. und 26. 10. 1956	
31,5		0,392		240		2,99			
31,2		0,389		240		3,00			
31,0		0,385		235		2,92			
31,8		0,398		243		3,04			
31,6		0,396		234		2,93			
31,2		0,390		237		2,96			

Zusammenfassung

Die Bestimmung des Nikotin- und Teergehaltes im Hauptstromrauch von Zigaretten wurde kritisch überprüft. Es wird eine Methode beschrieben, die dem natürlichen Abrauchvorgang möglichst angeglichen ist. Reproduzierbare Werte können nur erhalten werden, wenn eine vollautomatische Abrauchapparatur verwendet wird. Mit Hilfe der statistischen Fehlerrechnung wurde die Genauigkeit des Verfahrens bestimmt. Daraus kann auf die Genauigkeit der Bestimmung der Filterwirksamkeit geschlossen werden.

Résumé

Examen critique du dosage de la nicotine et des goudrons dans le courant gazeux principal de la fumée de cigarettes.

Description d'une méthode pour fumer mécaniquement et automatiquement les cigarettes par un processus aussi voisin que possible de celui du fumeur. Cette méthode donne des valeurs reproductibles et son exactitude a été déterminée au moyen du calcul statistique des erreurs. On a ainsi pu se rendre compte de la précision de la détermination du pouvoir filtrant des filtres de cigarettes.

Summary

Critical examination of the determination of the nicotine and tar content in the main smoke stream from cigarettes.

Description of a method for the artificial automatic smoking of cigarettes by means of a special apparatus. The values thus obtained are reproducible. This method was used successfully for determining the filtering power of cigarette filters.

Literatur

- 1) IV. Mitteilung: diese Mitt. **45**, 473 (1954).
- 2) Diese Mitt. **44**, 371 (1953).
- 3) *Pfyl*: Z.U.L. **66**, 501 (1933).
- 4) *Wenusch*: Der Tabakrauch, 1939.
- 5) Diese Mitt. **45**, 475 (1954).
- 6) Diese Mitt. **45**, 473 (1954).
- 7) Diese Mitt. **44**, 372 (1953).
- 8) *Wahl und Heil*, Tabak-Forschung Sonderheft 1953, S. 16.
- 9) *Artho*: Vierteljahresschrift Naturforschende Gesellschaft Zürich, Bd. **100** (1955).
- 10) Diese Mitt. **44**, 373 (1953).